

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 939 116 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
13.06.2001 Patentblatt 2001/24

(51) Int Cl. 7: C11B 13/00, C10M 175/00

(21) Anmeldenummer: 99102380.5

(22) Anmeldetag: 08.02.1999

(54) Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Aufarbeitung gebrauchter Pflanzen- und Esteröle

Process and apparatus for the continuous treatment of vegetable and ester waste oils

Procédé et dispositif de traitement en continu d'huiles végétales et d'huiles d'esters usées

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DK ES FR GB IT LI LU NL SE

(30) Priorität: 16.02.1998 DE 19806208

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
01.09.1999 Patentblatt 1999/35

(73) Patentinhaber: Mostofizadeh Ghalamfarsa,
Chahpar S.M., Prof. Dr.-Ing.
45257 Essen (DE)

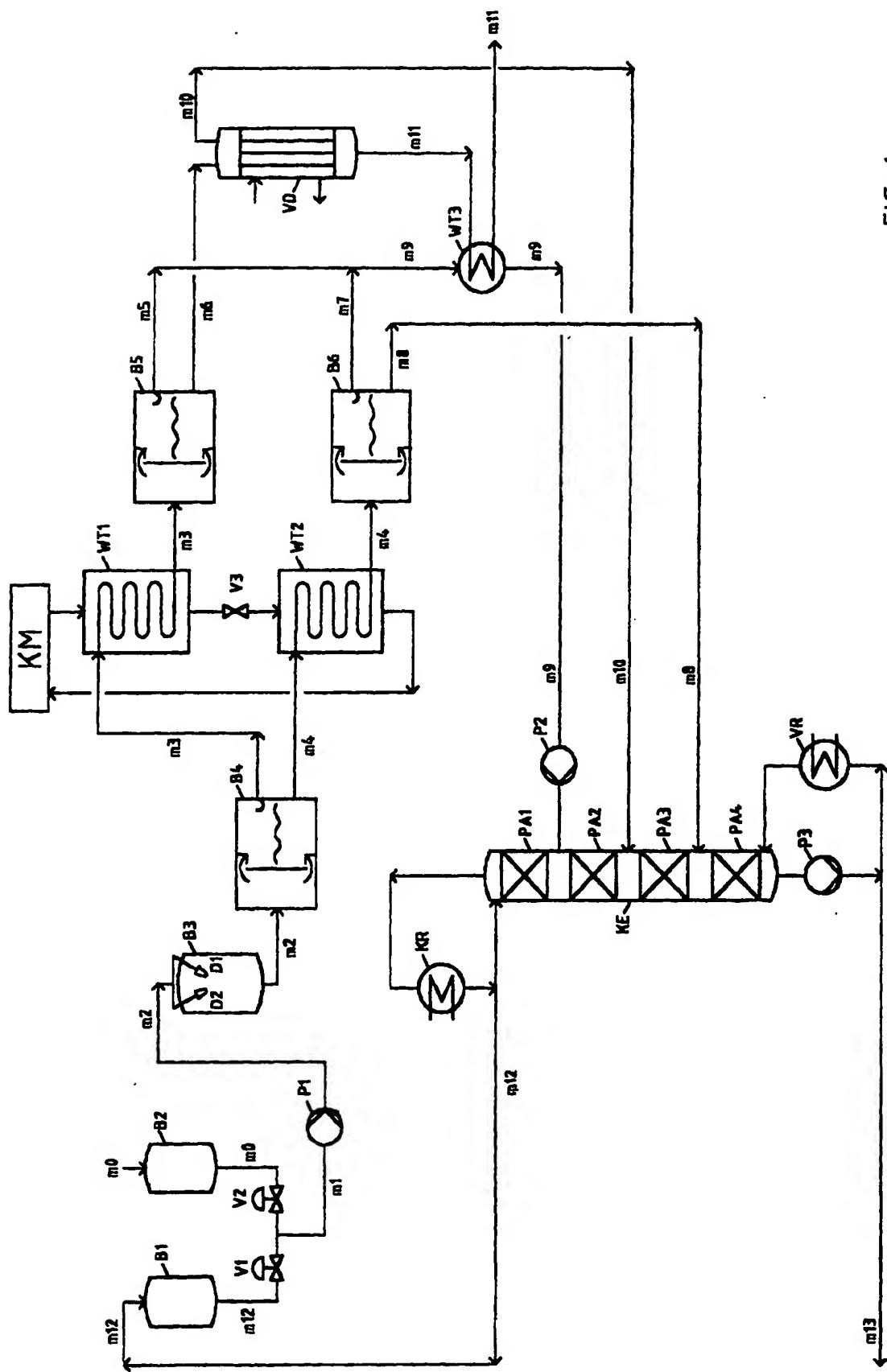
(72) Erfinder: Mostofizadeh Ghalamfarsa, Chahpar
S.M., Prof. Dr.-Ing.
45257 Essen (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A- 4 423 089

- DATABASE WPI Section Ch, Week 198712
Derwent Publications Ltd., London, GB; Class
H08, AN 1987-084275 XP002130418 -& JP 62
036497 A (TOKUYAMA SODA KK), 17. Februar
1987 (1987-02-17)
- U.J. MÖLLER: "Ensorgungsmöglichkeiten für
biologisch abbaubare Schmierstoffe"
TRIBOLOGIE UND SCHMIERUNGSTECHNIK.,
Bd. 37, Nr. 4, 1990, Seiten 188--192, XP000878716
CURT R. VINCENTZ VERLAG, HANNOVER., DE
ISSN: 0724-3472

EP 0 939 116 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr



1
FIG.

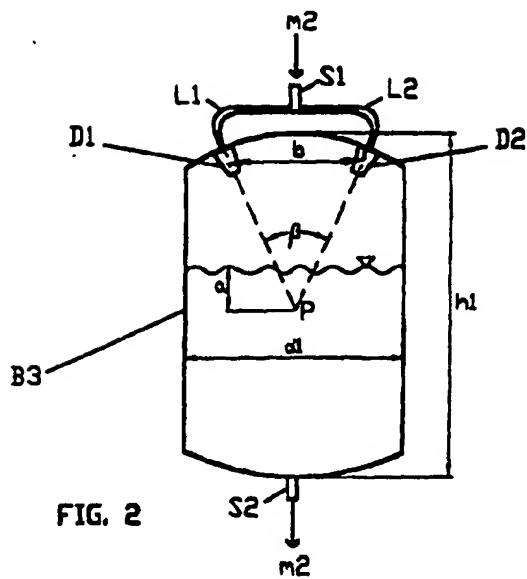


FIG. 2

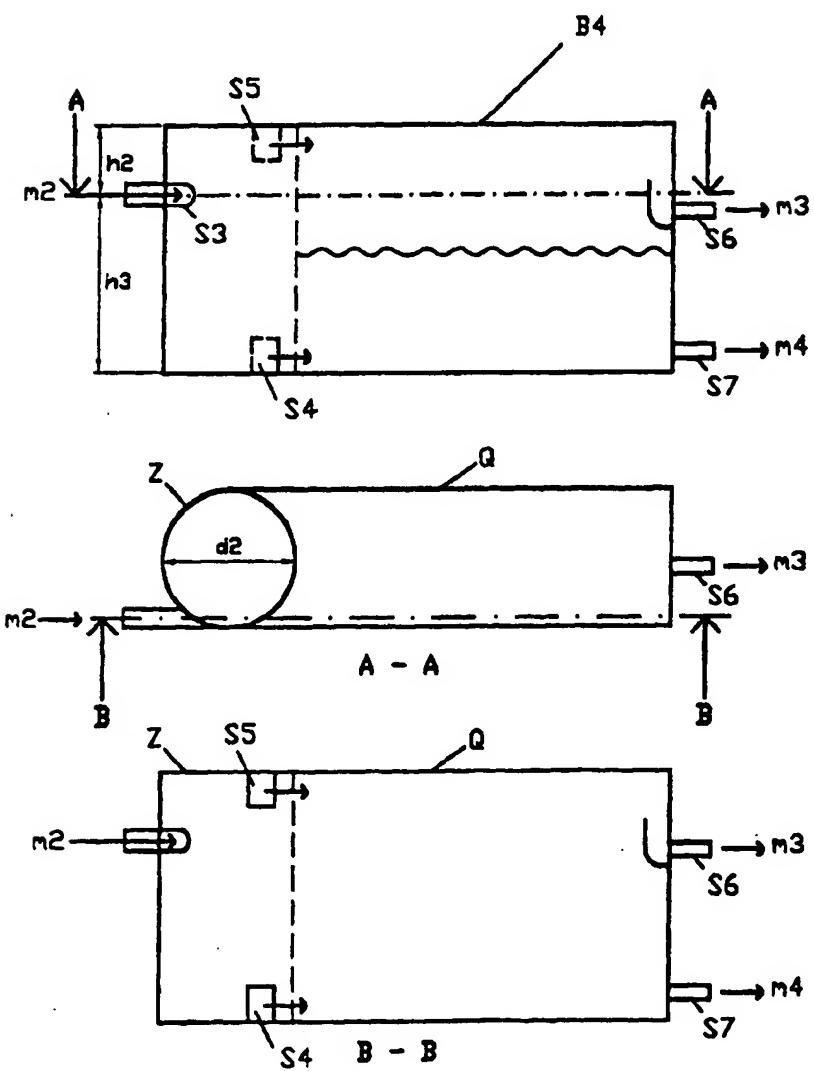


FIG. 3

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Aufarbeitung gebrauchter Pflanzenöle.

5 [0002] Der Bedarf an Schmier- und Hydraulikölen mineralischer Herkunft beträgt europaweit mehrere Millionen Tonnen im Jahr mit steigender Tendenz. Gebrauchte Öle (Altöle machen ca. 50% der Frischöle aus, d.h., ca. 50% der eingesetzten Öle werden (durch Leckagen, Verdunstung, Zersetzung) an die Atmosphäre abgegeben. Wegen der schlechten biologischen Abbaubarkeit der Mineralöle bedeutet dies eine nicht unerhebliche Umweltbelastung. Ein Ersatz der Mineralöle durch biologisch abbaubare Pflanzenöle wie Rapsöl würde eine merkliche Entlastung der Umwelt bewirken, wenn eine Wiederverwertung gebrauchter Pflanzenöle realisiert werden könnte.

10 [0003] Nach dem Stand der Technik können gebrauchte Pflanzenöle durch Verbrennung in Sonderabfall-Verbrennungsanlagen oder in zugelassenen thermischen Anlagen zur Grundstoffproduktion (Zementwerke) verbrannt werden, sofern keine Vermischung mit Mineralölen vorliegt. Sonst greift die Altölverordnung. Die Verbrennung bedingt neben einer Umweltbelastung auch hohe Kosten. Weitere Entsorgungsverfahren betreffen die Umwandlung in einem Hydrocracker zur Gewinnung von Wasserstoff und die anaerobe Behandlung in einem Bioreaktor zur Methangewinnung. Wegen der in Pflanzen vorhandenen Sauerstoffverbindungen ist eine Umwandlung jedoch nur begrenzt möglich. Zudem bleiben nach einer anaeroben Umwandlung noch erhebliche Reststoffmengen übrig, die anderweitig entsorgt werden müssen.

15 [0004] Gebrauchte Pflanzenöle können auch durch Kurzwegdestillation im Hochvakuum (Drucke kleiner als 10⁻³ mbar) zum Teil zurückgewonnen werden. Diese Methode ist jedoch sowohl energetisch als auch apparativ sehr aufwendig und lässt sich nur im Labormaßstab problemlos anwenden.

20 [0005] Die "wertvollen", wieder verwendbaren Bestandteile von Pflanzenölen sind ungesättigte Fettsäuren, während gesättigte Fettsäuren eine Qualitätsminderung, z.B. durch Viskositätserhöhung bewirken. Die für ein Rückgewinnungsverfahren relevanten Zusammenhänge sollen am Beispiel von Rapsöl verdeutlicht werden. Rapsöl besteht im wesentlichen aus den ungesättigten Fettsäuren: Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure. Als Triglyceride verfügen die ungesättigten Fettsäuren über eine Doppelbindung, die insbesondere Reaktionsfreudigkeit gegenüber Sauerstoff aufweist. Durch Oxidation entstehen gesättigte Fettsäuren. Auch Polymerisation mit anderen Molekülen und hydrolytische Reaktionen mit Wasser führen zur Umwandlung ungesättigter Fettsäuren. Diese chemischen Umwandlungen werden durch eine thermische Belastung begünstigt und sind häufig mit einer Viskositätserhöhung und damit auch mit einer Qualitätsverschlechterung (Alterung) des Pflanzenöls verbunden. Auch durch unsachgemäße Lagerung und Verwendung werden gelegentlich in Pflanzenölen Mineralölbestandteile gefunden, die bei einer Aufbereitung entfernt werden müssen.

25 [0006] Ein Analysenergebnis eines frischen und eines gebrauchten Rapsöls geht aus der folgenden Übersicht hervor:

		Frisches Öl	gebrauchtes Öl
	Säurezahl (mg KOH/g Öl)	0,48	1,58
40	Viskosität (mm ² /s) bei 40° C	ca. 36	ca. 40
	In Petroleumbenzin unlösliche, oxidierte Fettsäuren (g/100g)	0,1	0,21
Fettsäuren (%)			
45	Myristinsäure (14:0)	0,2	--
	Palmitinsäure (16:0)	5,7	6,4
	Palmitolsäure (16:1)	0,2	0,3
50	Stearinsäure (18:0)	1,7	2,4
	Ölsäure (18:1)	68,4	63,9
	Linolsäure (18:2)	18,1	17,3
	Linolensäure (18:3)	4,2	6,2
55	Eicosansäure (20:0)	0,4	1,1
	Eicosensäure (20:1)	1,0	1,6
	Summe	99,9	99,2

[0007] Nach dem Gebrauch des Pflanzenöls ist eine deutliche Erhöhung des Anteils an gesättigten Fettsäuren von 8,0 auf 9,9% zu erkennen. Ferner steigt der Anteil von in Petroleumbenzin unlöslichen, oxidierten Fettsäuren von 0,1 auf 0,21 (Polymerisation). Um wieder die ursprüngliche oder eine bessere Qualität zu erreichen, müssen die gesättigten Fettsäuren, aber auch Wasser und eventuell vorhandene Mineralölbestandteile, aus dem gebrauchten Pflanzenöl entfernt werden.

[0008] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Entfernung von gesättigten Fettsäure, Mineralölbestandteilen und Wasser aus gebrauchten Pflanzenölen zu schaffen, um hieraus einsatzfähige Schmier- und Hydrauliköle zu gewinnen.

[0009] Diese Aufgabe wird nach Anspruch 1 gelöst.

[0010] Der wesentliche Gedanke der Erfindung besteht darin, das gebrauchte Pflanzenöl im Verhältnis 1:2 mit einem Gemisch aus 90 Massen-% Aceton und 10 Massen-% Cyclopentan nach Durchströmen durch zwei Düsen in einem Mischbehälter bei hoher Turbulenz zu vermischen, um aufgrund unterschiedlicher Löslichkeiten eine 1. spezifisch leichtere Phase (reich an ungesättigten Fettsäuren) und eine 1. spezifisch schwerere Phase, (reich an gesättigten Fettsäuren und anderen Verunreinigungen) zu erhalten, welche anschließend durch Zentrifugal- und Schwerkraft voneinander getrennt und jeweils auf Temperaturen um 0 bis 4° C abgekühlt werden, wodurch die 1. spezifisch leichtere Phase in eine 2. spezifisch leichtere Phase (reich an Lösungsmitteln) und in eine 2. spezifisch schwerere Phase (reich an ungesättigten Fettsäuren) zerfällt, wobei letztere durch Eindampfung vom Lösungsmittel befreit wird und nach Abkühlung das Produkt (reich an ungesättigten Fettsäuren) bildet, während auch aus der 1. spezifisch schwereren Phase eine 3. spezifisch leichtere Phase (reich an Lösungsmittel) und eine 3. spezifisch schwerere Phase (reich an gesättigten Fettsäuren und Verunreinigungen) gebildet werden, wobei die 2. und 3. spezifisch leichtere Phase zusammengefaßt und nach Erwärmung in den oberen Teil einer Rektifizierkolonne eingeführt werden, in deren mittleren Teil dampfförmiges Lösungsmittel aus der Eindampfung hineinströmt und in deren unteren Teil die 3. spezifisch schwerere Phase eingeführt wird, um die gesättigten Fettsäuren sowie Verunreinigungen als Sumpfprodukt und das gereinigte Lösungsmittel als Kopfprodukt zu gewinnen, welches zur erneuten Verwendung in den Prozeßkreislauf zurückgeführt wird.

[0011] Weitere vorteilhafte Merkmale des erfindungsgemäßen Verfahrens gehen aus den Ansprüchen 2 bis 4 hervor.

[0012] Das beschriebene Verfahren ermöglicht die Rückgewinnung gebrauchter Pflanzenöle zu 90 bis 98%. Das zurückgewonnene Pflanzenöl enthält keine nennenswerten Mengen an gesättigten Fettsäuren, Mineralölen und Wasser. Es hat daher eine wesentlich bessere Qualität (für eine längere Gebrauchszeit) als ein frisch hergestelltes Pflanzenöl, weil sich in letzterem naturgemäß bestimmte Anteile an gesättigten Fettsäuren befinden (s. bereits angegebene Zusammensetzungen).

[0013] Die unterschiedlichen Löslichkeiten (g/100g Lösung) der ungesättigten Fettsäure, Ölsäure, und der gesättigten Fettsäuren, Palmitin- und Stearinsäure, im verwendeten Lösungsmittel sind im folgenden angegeben:

Temperatur ° C	20	0	-20	-30
Palmitinsäure		0,66	0,10	0,04
Stearinsäure	1,5	0,11	0,01	
Ölsäure	>70	50	5,2	1,68

[0014] Das Lösungsmittel nimmt die Ölsäure viel besser auf als die gesättigten Säuren, Palmitin- und Stearinsäure auf. Es nimmt außerdem keine Mineralöle auf, wohl aber das mitgeschleppte Wasser, welches durch Rektifikation abgetrennt wird.

[0015] Zur Durchführung des Verfahrens benutzt man eine Vorrichtung nach Anspruch 5.

[0016] Die Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, daß das gebrauchte Öl und das Lösungsmittel gemeinsam durch eine Pumpe über zwei Düsen in einen Mischbehälter gefördert und dort bei hoher Turbulenz miteinander vermischt werden. Die Düsen schließen mit dem Deckel bündig ab. Ihre Achsen bilden miteinander einen Winkel von 60°.

[0017] Die durch unterschiedliche Löslichkeiten gebildete, 1. spezifisch leichtere Phase sowie die 1. spezifisch schwerere Phase liegen in Emulsionsform vor und werden zur Trennung zunächst durch einen tangentialen Eintritt in den zylindrischen Teil eines Phasentrennbälters eingeführt, dem sich ein quaderförmiger Teil anschließt, in dem durch zwei am zylindrischen Teil oben und unten vorgesehenen Öffnungen die 1. spezifisch leichtere und die 1. spezifisch schwerere Phase tangential zum zylindrischen Teil hineinfließen. Hierdurch erfolgt im zylindrischen Teil eine Vortrennung durch Zentrifugalkräfte und im quaderförmigen Teil eine Vortrennung durch Schwerkraft. Diese Art der Phasentrennung findet auch im weiteren Verlauf des Verfahrens Anwendung.

[0018] Weitere vorteilhafte Merkmale der erfindungsgemäßen Vorrichtung resultieren aus den Ansprüchen 6 bis 10.

[0019] Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in den Figuren 1,2 und 3 dargestellt und wird im folgenden näher erläutert.

[0020] Es zeigen:

Fig. 1 : : Ablaufschema des erfindungsgemäßen Verfahrens und Funktionsweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung

Fig. 2 und 3 : : Aufbau der wesentlichen Komponenten der erfindungsgemäßen Vorrichtung

5 [0021] Das gebrauchte Pflanzenöl m0 wird im Behälter B2 und das Lösungsmittel m12, das aus 90% Aceton und 10% Cyclopentan besteht, im Behälter B1 gelagert. Beide Massenströme m0 und m12 werden im Verhältnis m12/m0 von ca. 2 über die pneumatischen Ventile V2 und V1 durch die Pumpe P1 angesaugt, zu einem heterogenen Gemisch m1 vereinigt und durch zwei Düsen D1 und D2 in den Mischbehälter B3 gefördert. Die Düsen D1 und D2 sind so ausgelegt, daß sich Austrittsgeschwindigkeiten von ca 15 m/s ergeben. Die dadurch erzeugten, freien Strahlen gewährleisten eine intensive Durchmischung des gebrauchten Pflanzenöls mit dem Lösungsmittel. Dabei werden vom Lösungsmittel überwiegend die ungesättigten Fettsäuren als wertvolle Komponenten aufgenommen und in eine 1. spezifisch leichtere Phase überführt. Gleichzeitig bildet sich eine 1. spezifisch schwerere Phase bestehend aus gesättigten Fettsäuren, eventuell vorhandenen Mineralölen und geringen Anteilen an Lösungsmittel. Der aus der Vermischung resultierende Massenstrom m2 am Austritt des Mischbehälters B3 enthält dann die 1. spezifisch leichtere und die 1. spezifisch schwerere Phase in Suspensionsform. Zur Trennung dieser Phasen tritt der Massenstrom m2 in den Phasentrennbhälter B4 ein und wird dort zunächst Zentrifugalkräften und anschließend Schwerkraft unterworfen. Es bilden sich zwei aufeinander geschichtete, homogene Phasen mit einer definierten, ebenen Phasengrenzfläche. Oben befindet sich die 1. spezifisch leichtere Phase, unten die 1. spezifisch schwerere Phase. Die 1. spezifisch leichtere Phase m3 enthält überwiegend ungesättigte Fettsäuren und Lösungsmittel und wird oben aus dem Phasentrennbhälter B4 abgeführt. Die 1. spezifisch schwerere Phase m4 mit gesättigten Fettsäuren, Mineralölen und geringen Mengen Lösungsmittel wird unten aus dem Phasentrennbhälter B4 abgeführt. Zu einer ersten Trennung des Lösungsmittels von ungesättigten Fettsäuren wird der Massenstrom m3 im Wärmetauscher WT1 auf eine Temperatur von ca. 4° C abgekühlt. Die Bereitstellung des Kühlmittels erfolgt durch die Kältemaschine KM. Durch Abkühlung nimmt die Löslichkeit ab, es bilden sich eine 2. spezifisch leichtere, lösungsmittelreiche Phase und eine 2. spezifisch schwerere, lösungsmittelarme Phase in Suspensionsform. Die Trennung dieser Phasen vollzieht sich im Phasentrennbhälter B5 unter Einwirkung von Zentrifugal- und Schwerkraft (ähnlich wie im Phasentrennbhälter B4). Oben wird die lösungsmittelreiche Phase, die 2. spezifisch leichtere Phase m5, abgezogen. Unten tritt die mit ungesättigten Fettsäuren angereicherte Phase, die 2. spezifisch schwerere Phase m6 aus. Zur Abtrennung des restlichen Lösungsmittels wird m6 im nachgeschalteten Verdampfer VD eingedampft, so daß die nahezu lösungsmittelfreie Phase m11 und der Lösungsmitteldampf m10 entstehen. Nach Abkühlung im Wärmetauscher WT3 bildet m11 das Produkt und kann als aufbereitetes Öl verwendet werden. Der Lösungsmitteldampf m10 wird zur Reinigung in die Rektifizierkolonne KE zwischen der zweiten Packung PA2 und der dritten Packung PA3 eingeführt. Der Verdampfer VD ist vorzugsweise als Fallstromverdampfer ausgebildet. Die mit ungesättigten Fettsäuren angereicherte Phase m6 wird auf die Röhre des Verdampfers VD verteilt, um dünne Rieselfilme zu erzeugen, aus denen das Lösungsmittel durch Wärmezufuhr ausgetrieben, im Gegenstrom zu diesen geführt und oben abgezogen wird. Die lösungsmittelfreie Phase m11 tritt unten aus. Der Verdampfer VD wird vorzugsweise bei 95° C und 800 mbar absolut betrieben.

25 [0022] Die im Phasentrennbhälter B4 getrennte, 1. spezifisch schwerere Phase m4 enthält neben Lösungsmittel gesättigte Fettsäuren, Wasser, feste Verunreinigungen und eventuell auch Mineralöle. Zur Rückgewinnung des Lösungsmittels wird die 1. spezifisch schwerere Phase m4 unten entnommen, im Wärmetauscher WT2, der mit dem Kühlkreislauf der Kältemaschine KM verbunden ist, auf 0° C abgekühlt und in den Phasentrennbhälter B6 eingeführt. Durch Abkühlung nimmt die Löslichkeit der gesättigten Fettsäuren im Lösungsmittel ab, und es bilden sich eine 3. spezifisch leichtere Phase, reich an Lösungsmittel, und eine 3. spezifisch schwerere Phase, reich an gesättigten Fettsäuren und Verunreinigungen. 30 Diese Phasen werden im Phasentrennbhälter B6 durch Einwirkung von Zentrifugal- und Schwerkraft getrennt (ähnlich wie im Phasentrennbhälter B4). Die 3. spezifisch leichtere Phase m7 wird oben abgezogen und mit dem ebenso lösungsmittelreichen Massenstrom m5 zum Massenstrom m9 vereinigt, welcher nach Erwärmung im Wärmetauscher WT3 (durch Wärmeaufnahme vom Massenstrom m11) zwecks weiterer Reinigung durch die Pumpe P2 in die Rektifizierkolonne KE zwischen der 1. Packung PA1 und der 2. Packung PA2 eingeleitet wird. Die 3. spezifisch schwerere Phase m8 gelangt ebenso zur Abtrennung des Lösungsmittels in die Rektifizierkolonne KE zwischen der 3. Packung PA3 und der 4. Packung PA4. In der Rektifizierkolonne KE ist das Lösungsmittel der Leichtsieder, welcher am Kopf nach der Kondensation im Kondensator KR als Kopfprodukt m12 abgezogen und im Behälter B1 zur Kreislaufführung gesammelt wird.

35 [0023] Die Rektifikation gewährleistet die gewünschte Reinheit des Lösungsmittels. Durch Unterteilung in bestimmte Abschnitte zwischen den Packungen PA1 bis PA4 für die Massenströme m8, m9, m10 mit unterschiedlichen Reinheiten wird einerseits eine effektive Reinigung des Lösungsmittels (Kopfprodukt) erreicht, andererseits werden sämtliche Stoffe (gesättigte Fettsäuren, Mineralöle, Wasser), die als Störstoffe gelten, als Sumpfprodukt m13 gewonnen und über die Pumpe P3 abgezogen. Diese können z.B. in einem Hydrocracker weiter verarbeitet werden. Die Versorgung

der Kolonne KE mit Wärme erfolgt durch den Verdampfer VR. Die Kolonne wird vorzugsweise bei 90° C Sumpftemperatur und 780 mbar absolut Kopfdruck betrieben.

[0024] Vorzugsweise werden folgende Parameter zur Durchführung des Verfahrens eingestellt:

- 5 - Massenverhältnis gebrauchtes Öl zum Lösungsmittel (m0/m12) = 0,5
- Mischtemperatur nach dem Mischbehälter 25-30° C
- Massenverhältnis der 1. spezifisch leichteren Phase zur 1. spezifisch schwereren Phase (m3/m4) = 19
- Massenzusammensetzung des Lösungsmittels in der 1. spezifisch leichteren Phase 26,5%
- 10 - Massenzusammensetzung des Lösungsmittels in der 1. spezifisch schwereren Phase 32% 800 mbar abs.
- Betriebsbedingungen in der Rektifizierkolonne KE:
- Sumpftemperatur 90° C;
- 15 Kopfdruck 780 mbar abs.

[0025] Fig. 2 und Fig. 3 zeigen die weitere Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung. In Fig. 2 ist der Aufbau des Mischbehälters B3 dargestellt. Der Massenstrom m2, bestehend aus dem gebrauchten Pflanzenöl und dem Lösungsmittel, wird oben mittig durch den Stutzen S1 über die Abzweige L1 und L2 eingeführt, an deren Enden die Düsen D1 und D2 mit einem Achswinkel von $\beta = 60^\circ$ angebracht sind. Die Düsen schließen mit dem Deckel bündig ab. Durch die Düsen D1 und D2 strömt der Massenstrom m2 mit einer Austrittsgeschwindigkeit von ca. 15 m/s und bildet zwei konzentrische aufeinander treffende Strahlen mit hohem Impuls. Der Flüssigkeitsspiegel befindet sich oberhalb des Schnittpunktes P der Düsenachsen. Das Auftreffen der beiden Strahlen erzeugt eine hohe Turbulenz und dadurch eine intensive Durchmischung. Es bildet sich eine Emulsion, die unten durch den Stutzen S2 abgezogen wird. Die Verweilzeit im Mischbehälter B3 soll ca. 3 Minuten betragen. Für den Mischbehälter B3 werden folgende geometrischen Verhältnisse bevorzugt:

- Behälterhöhe zum Behälterdurchmesser ($h1/d1$) = 1,5
- Düsenabstand zum Behälterdurchmesser ($b/d1$) = 0,75
- 30 - Abstand des Schnittpunktes P der Düsenachsen von der Flüssigkeitsoberfläche zum Düsenabstand (a/b) = 0,25

[0026] Fig. 3 zeigt den Aufbau des Phasentrennbehälters B4, welcher aus einem vorderen zylindrischen Teil Z mit einem daran anschließenden quaderförmigen Teil Q besteht. Der aus dem Mischbehälter B3 austretende Massenstrom m2, der in Emulsionsform vorliegt, tritt mit einer Geschwindigkeit von ca. 2 m/s durch den tangentialen Stutzen S3 in den zylindrischen Teil Z zwecks einer Vorabscheidung ein. Die 1. spezifisch schwerere Phase sammelt sich überwiegend an der zylindrischen Wand und im unteren 2/3, sie verlässt den zylindrischen Teil tangential durch die untere, mit dem Boden abschließende Öffnung S4 und gelangt nahe des Bodens in den quaderförmigen Teil Q. Die 1. spezifisch leichtere Phase sammelt sich überwiegend im oberen 1/3 und in der Mitte des zylindrischen Teils Z. Sie tritt tangential durch die Öffnung S5 aus dem zylindrischen Teil Z aus und gelangt nahe des Deckels in den quaderförmigen Teil Q, in dem eine weitere Trennung durch Schichtenbildung vollzogen wird. Die förmigen Teil Q, in dem eine weitere Trennung durch Schichtenbildung vollzogen wird. Die Tangentialgeschwindigkeit in den Öffnungen S4 und S5 beträgt ca. 0,3 m/s. Die Verweilzeit im quaderförmigen Teil liegt bei ca. 10 Minuten. Die 1. spezifisch leichtere Phase m3 verlässt den quaderförmigen Teil durch den Stutzen S6, während die 1. spezifisch schwerere Phase durch den Stutzen S7 abgezogen wird. Für den Phasentrennbehälter B4 werden folgende geometrische Maße bevorzugt:

- Abstand Stutzen S3 zum Boden zum Abstand von S3 zum Deckel ($h3/h2$) = 2
- Durchmesser des zylindrischen Teils zur Höhe des zylindrischen Teils [$d2(h2+h3)$] = 0,67

[0027] Die Phasentrennbehälter B5 und B6 sind ähnlich wie B4 ausgeführt.

55 Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Aufarbeitung gebrauchter Pflanzenöle, gekennzeichnet durch folgende Merkmale:

5 a) das gebrauchte Pflanzenöl m0 wird gemeinsam mit dem Lösungsmittel m12, bestehend aus 90% Aceton und 10% Cyclopentan, im Verhältnis $(m0/m12) = 0,5$, mit einer Pumpe P1 durch zwei Düsen D1 und D2 gefördert, welche Freistrahlen mit hohem Impuls erzeugen, die in einem Mischbehälter B3 durch Auftreffen auf die Flüssigkeitsoberfläche für eine intensive Durchmischung des gebrauchten Pflanzenöls mit dem Lösungsmittel sorgen, so daß eine Emulsion m2, bestehend aus einer 1. spezifisch leichteren Phase, reich an ungesättigten Fettsäuren, und einer 1. spezifisch schwereren Phase, reich an gesättigten Fettsäuren und Verunreinigungen, gebildet wird;

10 b) die Emulsion m2 wird in einem Phasentrennbhälter B4 zunächst durch Zentrifugal- und anschließend durch Schwerkraft in die 1. spezifisch leichtere Phase m3 und in die 1. spezifisch schwerere Phase m4 getrennt, erstere wird in einem Wärmetauscher WT1 auf eine Temperatur von ca. 4° C gekühlt, wodurch aus dieser eine 2. spezifisch leichtere Phase (reich an Lösungsmittel) und eine 2. spezifisch schwerere Phase (reich an ungesättigten Fettsäuren) gebildet werden, welche in einem Phasentrennbhälter B5 durch Zentrifugal- und Schwerkraft voneinander getrennt werden,

15 c) die 2. spezifisch schwerere Phase m6 wird in einem Fallstromverdampfer VD im Gegenstrom zum durch Wärmezufuhr ausgetriebenen Lösungsmittel m10 eingedampft, in einem Wärmetauscher WT3 gekühlt und als Produkt m11 abgeführt;

20 d) die 1. spezifisch schwerere Phase m4 wird in einem Wärmetauscher WT2 auf ca. 0°C gekühlt, wodurch aus dieser eine 3. spezifisch leichtere Phase (reich an Lösungsmittel) und eine 3. spezifisch schwere Phase (reich an gesättigten Fettsäuren und Verunreinigungen) gebildet werden, welche in einem Phasentrennbhälter B6 unter Einwirkung von Zentrifugal- und Schwerkraft voneinander getrennt werden;

25 e) die 2. spezifisch leichtere Phase m5 und die 3. spezifisch leichtere Phase m7 werden zu einem Massenstrom m9 zusammengefaßt und nach Wärmeaufnahme vom Produkt m11 im Wärmetauscher WT3 mittels einer Pumpe P2 in eine Rektifizierkolonne KE zwischen einer 1. Packung PA1 und einer 2. Packung PA2 (vom Kolonnenkopf gezählt) eingeführt, während der im Fallstromverdampfer VD ausgetriebene Lösungsmitteldampf m10 zwischen einer 2. Packung PA2 und einer 3. Packung PA3 und die 3. spezifisch schwere Phase m8 zwischen einer 3. Packung PA3 und einer 4. Packung PA4 in die Kolonne KE eingeführt werden, welche über einen Verdampfer VR beheizt wird;

30 f) das Sumpfprodukt m13 (gesättigte Fettsäuren und Verunreinigungen) wird mit Hilfe einer Pumpe P3 abgezogen, während das in einem Kopfkondensator KR kondensierte Kopfprodukt m12, welches aus gereinigtem Lösungsmittel besteht, in den Kreislauf zurückgeführt wird.

35 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des gereinigten Lösungsmittels m12 so eingestellt wird, daß sich nach Vermischung mit dem gebrauchten Pflanzenöl m0, im Verhältnis $(m0/m12) = 0,5$, eine Temperatur von 25 bis 30° C ergibt.

40 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Fallstromverdampfer VD bei 95° C und 800 mbar (absolut) und die Rektifizierkolonne KE bei 90° C Sumpftemperatur und 780 mbar (absolut) Kopfdruck betrieben wird.

45 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühlung der 1. spezifisch leichteren Phase m3 im Wärmetauscher WT1 und die Kühlung der 1. spezifisch schwereren Phase m4 im Wärmetauscher WT2 in der genannten Reihenfolge über einen Kühlkreislauf erfolgen, welcher durch eine Kältemaschine aufrechterhalten wird.

50 5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahren nach Anspruch 1, bestehend aus einem Sammelbehälter B1 für das Lösungsmittel m12 (90% Aceton + 10% Cyclopentan) und einem Sammelbehälter B2 für das gebrauchte Pflanzenöl m0, einem Mischbehälter B3 zur Vermischung des Lösungsmittels mit dem gebrauchten Pflanzenöl, einem Phasentrennbhälter B4 für die Trennung der resultierenden Emulsion m2 in eine 1. spezifisch leichtere Phase m3 und in eine 1. spezifisch schwere Phase m4, einem Wärmetauscher WT1 zur Kühlung der 1. spezifisch leichteren Phase m3, einem Wärmetauscher WT2 zur Kühlung der 1. spezifisch schweren Phase m4, einem Phasentrennbhälter B5 zur Trennung einer 2. spezifisch leichteren Phase m5 von einer 2. spezifisch schwereren Phase m6, einem Phasentrennbhälter B6 zur Trennung einer 3. spezifisch leichteren Phase m7 von einer 3. spezifisch schwereren Phase m8, einem Fallstromverdampfer VD zur Eindampfung der 2. spezifisch schwereren Phase m6, einem Wärmetauscher WT3 zur Kühlung des gebildeten Produktes m11, einer Rektifizierkolonne KE mit dem Verdampfer VR und dem Kondensator KR und einer Pumpe P3 zur Ausschleusung der gesättigten Fettsäuren und Verunreinigungen m13, dadurch gekennzeichnet, daß die Behälter B1 und B2 über eine Rohrvereinigung an eine zur Verbindung mit dem Mischbehälter B3 vorgesehene Leitung angeschlossen sind, welche über zwei Abzweige L1 und L2 mit zwei Düsen D1 und D2 verbunden ist und in die eine Pumpe P1 zur gemeinsamen

55

5 Förderung des Lösungsmittels und des gebrauchten Pflanzenöls eingebaut ist, und daß der Mischbehälter über eine Leitung mit einem tangentialen Stutzen S3 des Phasentrennbehälters B4 verbunden ist, welcher aus einem zylindrischen Teil Z zur Erzeugung von Zentrifugalkräften und einem quaderförmigen Teil Q zur Einwirkung von Schwerkraft besteht, wobei der quaderförmige Teil über einen oberen Stutzen S6 und eine Leitung mit einem Wärmetauscher WT1 und über einen unteren Stutzen S7 mit einem Wärmetauscher WT2 verbunden ist, deren Austritte für die gekühlten Massenströme m3 und m4 jeweils mit den Phasentrennbehältern B5 und B6 (ähnlich ausgeführt wie B4) verbunden sind, deren obere Austrittsstutzen in eine gemeinsame Leitung zur Verbindung mit dem Wärmetauscher WT3 münden, dessen Austritt über eine Leitung, in die eine Pumpe P2 zur Förderung des aus m5 und m7 resultierenden Massenstromes m9 eingebaut ist, mit einer Rektifizierkolonne KE verbunden ist, während der untere Austrittsstutzen von B5 mit dem Fallstromverdampfer VD verbunden ist, der einerseits durch eine Leitung für den Lösungsmitteldampf m10 mit der Rektifizierkolonne KE und andererseits durch eine Leitung für das zu kühlende Produkt m11 mit dem Wärmetauscher WT3 verbunden ist, und daß der untere Austrittsstutzen von B6 zum Transport der 3. spezifisch schweren Phase m8 mit der Rektifizierkolonne KE in Verbindung steht, welche über den Kondensator KR mit dem Sammelbehälter B1 zur Bevorratung des Lösungsmittels verbunden ist.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

70

75

80

85

90

95

100

105

110

115

120

125

130

135

140

145

150

155

160

165

170

175

180

185

190

195

200

205

210

215

220

225

230

235

240

245

250

255

260

265

270

275

280

285

290

295

300

305

310

315

320

325

330

335

340

345

350

355

360

365

370

375

380

385

390

395

400

405

410

415

420

425

430

435

440

445

450

455

460

465

470

475

480

485

490

495

500

505

510

515

520

525

530

535

540

545

550

555

560

565

570

575

580

585

590

595

600

605

610

615

620

625

630

635

640

645

650

655

660

665

670

675

680

685

690

695

700

705

710

715

720

725

730

735

740

745

750

755

760

765

770

775

780

785

790

795

800

805

810

815

820

825

830

835

840

845

850

855

860

865

870

875

880

885

890

895

900

905

910

915

920

925

930

935

940

945

950

955

960

965

970

975

980

985

990

995

1000

1005

1010

1015

1020

1025

1030

1035

1040

1045

1050

1055

1060

1065

1070

1075

1080

1085

1090

1095

1100

1105

1110

1115

1120

1125

1130

1135

1140

1145

1150

1155

1160

1165

1170

1175

1180

1185

1190

1195

1200

1205

1210

1215

1220

1225

1230

1235

1240

1245

1250

1255

1260

1265

1270

1275

1280

1285

1290

1295

1300

1305

1310

1315

1320

1325

1330

1335

1340

1345

1350

1355

1360

1365

1370

1375

1380

1385

1390

1395

1400

1405

1410

1415

1420

1425

1430

1435

1440

1445

1450

1455

1460

1465

1470

1475

1480

1485

1490

1495

1500

1505

1510

1515

1520

1525

1530

1535

1540

1545

1550

1555

1560

1565

1570

1575

1580

1585

1590

1595

1600

1605

1610

1615

1620

1625

1630

1635

1640

1645

1650

1655

1660

1665

1670

1675

1680

1685

1690

1695

1700

1705

1710

1715

1720

1725

1730

1735

1740

1745

1750

1755

1760

1765

1770

1775

1780

1785

1790

1795

1800

1805

1810

1815

1820

1825

1830

1835

1840

1845

1850

1855

1860

1865

1870

1875

1880

1885

1890

1895

1900

1905

1910

1915

1920

1925

1930

1935

1940

1945

1950

1955

1960

1965

1970

1975

1980

1985

1990

1995

2000

2005

2010

2015

2020

2025

2030

2035

2040

2045

2050

2055

2060

2065

2070

2075

2080

2085

2090

2095

2100

2105

2110

2115

2120

2125

2130

2135

2140

2145

2150

2155

2160

2165

2170

2175

2180

2185

2190

2195

2200

2205

2210

2215

2220

2225

2230

2235

2240

2245

2250

2255

2260

2265

2270

2275

2280

2285

2290

2295

2300

2305

2310

2315

2320

2325

2330

2335

2340

2345

2350

2355

2360

2365

2370

2375

2380

2385

2390

2395

2400

2405

2410

2415

2420

2425

2430

2435

2440

2445

2450

2455

2460

2465

2470

2475

2480

2485

2490

2495

2500

2505

2510

2515

2520

2525

2530

2535

2540

2545

2550

2555

2560

2565

2570

2575

2580

2585

2590

2595

2600

2605

2610

2615

2620

2625

2630

2635

2640

2645

2650

2655

2660

2665

2670

2675

2680

2685

2690

2695

2700

2705

2710

2715

2720

2725

2730

2735

2740

2745

2750

2755

2760

2765

2770

2775

2780

2785

2790

2795

2800

2805

2810

2815

2820

2825

2830

2835

2840

2845

2850

2855

2860

2865

2870

2875

2880

2885

2890

2895

2900

2905

2910

2915

2920

2925

2930

2935

2940

2945

2950

2955

2960

2965

2970

2975

2980

2985

2990

2995

3000

3005

3010

3015

3020

3025

3030

3035

3040

3045

3050

3055

3060

3065

3070

3075

3080

3085

3090

3095

3100

3105

3110

3115

3120

3125

3130

3135

3140

3145

3150

3155

3160

3165

3170

3175

3180

3185

3190

3195

3200

3205

3210

3215

3220

3225

3230

3235

3240

3245

3250

3255

3260

3265

3270

3275

3280

3285

3290

3295

3300

3305

3310

3315

3320

3325

3330

3335

3340

3345

3350

3355

3360

3365

3370

3375

3380

3385

3390

3395

3400

3405

3410

3415

3420

3425

3430

3435

3440

3445

3450

3455

3460

3465

3470

3475

3480

3485

3490

3495

3500

3505

3510

3515

3520

3525

3530

3535

3540

3545

3550

3555

3560

3565

3570

3575

3580

3585

3590

3595

3600

3605

3610

3615

3620

3625

3630

3635

3640

3645

3650

3655

3660

3665

3670

3675

3680

3685

3690

3695

3700

3705

3710

3715

3720

3725

3730

3735

3740

3745

3750

3755

3760

3765

3770

3775

3780

3785

3790

3795

3800

3805

3810

3815

3820

3825

3830

3835

3840

3845

3850

3855

3860

3865

3870

3875

3880

3885

3890

3895

3900

3905

3910

3915

3920

3925

3930

3935

3940

3945

3950

3955

3960

3965

3970

3975

3980

3985

3990

3995

4000

4005

4010

4015

4020

4025

4030

4035

4040

4045

4050

4055

4060

4065

4070

4075

4080

4085

4090

4095

4100

4105

4110

4115

4120

4125

4130

4135

4140

4145

4150

4155

4160

4165

4170

4175

4180

4185

4190

4195

4200

4205

4210

4215

4220

4225

4230

4235

4240

4245

4250

4255

4260

4265

4270

4275

4280

4285

4290

4295

4300

4305

4310

4315

4320

4325

4330

4335

4340

4345

4350

4355

4360

4365

4370

4375

4380

4385

4390

4395

4400

4405

4410

4415

4420

4425

4430

4435

4440

4445

4450

4455

4460

4465

4470

4475

4480

4485

4490

4495

4500

4505

4510

4515

4520

4525

4530

4535

4540

4545

4550

4555

4560

4565

4570

4575

4580

4585

4590

4595

4600

4605

4610

4615

4620

4625

4630

4635

4640

4645

4650

4655

4660

4665

4670

4675

4680

4685

4690

4695

4700

4705

4710

4715

4720

4725

4730

4735

4740

4745

4750

4755

4760

4765

4770

4775

4780

4785

4790

4795

4800

4805

4810

4815

4820

4825

4830

4835

4840

4845

4850

4855

4860

4865

4870

4875

4880

4885

4890

4895

4900

4905

4910

4915

4920

4925

4930

4935

4940

4945

4950

4955

4960

4965

4970

4975

4980

4985

4990

4995

5000

5005

5010

5015

5020

5025

5030

5035

5040

5045

5050

5055

5060

5065

5070

5075

5080

5085

5090

5095

5100

5105

5110

5115

5120

5125

5130

5135

5140

5145

5150

5155

5160

5165

5170

5175

5180

5185

5190

5195

5200

5205

5210

5215

5220

5225

5230

5235

5240

5245

5250

5255

5260

5265

5270

5275

5280

5285

5290

5295

5300

5305

5310

5315

5320

5325

5330

5335

5340

5345

5350

5355

5360

5365

5370

5375

5380

5385

5390

5395

5400

5405

5410

5415

5420

5425

5430

5435

5440

5445

5450

5455

5460

5465

5470

5475

5480

5485

5490

5495

5500

5505

5510

5515

5520

5525

5530

5535

5540

5545

5550

5555

5560

5565

5570

5575

5580

5585

5590

5595

5600

5605

5610

5615

5620

5625

5630

5635

5640

5645

5650

5655

5660

5665

5670

5675

5680

5685

5690

5695

5700

5705

5710

5715

5720

5725

5730

5735

5740

5745

5750

5755

5760

5765

5770

5775

5780

5785

5790

5795

5800

5805

5810

5815

5820

5825

5830

5835

5840

5845

5850

5855

5860

5865

5870

5875

5880

5885

5890

5895

5900

5905

5910

5915

5920

5925

5930

5935

5940

5945

5950

5955

5960

5965

5970

5975

5980

5985

5990

5995

6000

6005

6010

6015

6020

6025

6030

6035

6040

6045

6050

6055

6060

6065

6070

6075

6080

6085

6090

6095

6100

6105

6110

6115

6120

6125

6130

6135

6140

5 d) the first specifically heavier phase m4 is cooled down to approx. 0°C in a heat exchanger WT2, thus forming from this phase a third specifically lighter phase (rich in solvents) and a third specifically heavier phase (rich in saturated fatty acids and impurities), which are separated from each other in a phase separating tank B6 by application of centrifugal and gravity forces;

10 e) the second specifically lighter phase m5 and the third specifically lighter phase m7 are combined to a mass flow m9 and introduced, after heat absorption from product m11 in the heat exchanger WT3 by a pump P2 into a stripping column KE between a first pack of PA1 and a second pack PA2 (counted from the column head), while the solvent vapour m10 which has been expelled in the downdraft evaporator VD is introduced into the column KE which is heated over an evaporator VR, between a second pack PA2 and a third pack PA3, and the third specifically heavier phase m8 is introduced into this column between a third pack PA3 and a fourth pack PA4;

15 f) the sump product m13 (saturated fatty acids and impurities) is discharged by means of a pump P3, while the condensed overhead product m12 which has been condensed in an overhead condenser KR, and which consists of cleaned solvent, is returned into the circulation.

2. Process in accordance with claim 1 which is characterized by the feature that the temperature of the cleaned solvent m12 is adjusted in such a way that, after mixing with the used vegetable oil m0 in the ratio (m0/m12) = 0.5, a temperature of 25 to 30°C will result.

3. Process in accordance with claim 1 which is characterized by the feature that the downdraft evaporator VD is operated at 95°C and 800 mbar (absolute), and the stripping column KE at 90°C sump temperature and 780 mbar (absolute) overhead pressure.

4. Process in accordance with claim 1 which is characterized by the feature that cooling of the first specifically lighter phase m3 in the heat exchanger WT1 and cooling of the specifically heavier phase m4 in the heat exchanger WT2 are effected in the mentioned sequence order across a cooling circuit which is maintained by a mechanical refrigerator.

5. Device for execution of the process in accordance with claim 1, consisting of a collecting tank B1 for the solvent m12 (90% acetone + 10% cyclopentane) and a collecting tank B2 for the used vegetable oil m0, a mixing tank B3 for mixing the solvent with the used vegetable oil, a phase separating tank B4 for the separation of the resulting emulsion m2 into a first specifically lighter phase m3 and a first specifically heavier phase m4, a heat exchanger WT1 for cooling of the first specifically lighter phase m3, a heat exchanger WT2 for cooling of the first specifically heavier phase m4, a phase separating container B5 for separation of a second specifically lighter phase m5 from a second specifically heavier phase m6, a phase separating container B6 for separation of a third specifically lighter phase m7 from a third specifically heavier phase m8, a downdraft evaporator VD for condensing the second specifically heavier phase m6, a heat exchanger WT3 for cooling of the formed product m11, a stripping column KE with evaporator VR and the condenser KR and a pump P3 for expulsion of the saturated fatty acids and impurities m13, with the special feature that the containers B1 and B2 are connected by a pipe union to a line provided for the connection with the mixing container B3, which is connected to two nozzles D1 and D2 over two junctions L1 and L2 and into which a pump P1 for common supply of the solvent and of the used vegetable oil is installed, and that the mixing tank is connected with a line to the phase separating tank B4 by a tangential connection piece S3, the tank B4 being built of a cylindrical part Z for the production of centrifugal forces and a cuboid part Q for the application of gravity, the cuboid part being connected to a heat exchanger WT1 by an upper connection piece S6 and a line, and to a heat exchanger WT2 by a bottom connection piece S7, their outlets for the cooled mass flows m3 and m4 each connected with the phase separating tanks B5 and B6 (of similar design as B4), the top outlets of which discharge into a common line for connection with the heat exchanger WT3, the outlet of which is connected with a stripper column KE by a line into which a pump P2 for transfer of the mass flow m9 resulting from m5 and m7 is installed, while the bottom outlet connection piece of B5 is connected with the downdraft evaporator VD, which is, on the one hand, connected to the stripper column KE by a line for the solvent vapours m10, and, on the other, to the heat exchanger WT3 by a line for the product m11 to be cooled, and that the bottom outlet connection piece of B6 for the transport of the third specifically heavier phase m8 is connected with the stripper column KE, which is connected to the collecting tank B1 for solvent supply via the condenser KR.

6. Device in accordance with claim 5, characterized by the feature that the ratio of container height/container diameter (h1/d1) for the mixing container is equal to 1.5; that the ratio of nozzle distance at the cover/container diameter (b/d1) is equal to 0.75; that the ratio of the distance of the intersection point P of the nozzle axes from liquid surface/nozzle distance (a/b) is equal to 0.25; that the angle between the nozzle axes is equal to 60° and the stationary

dwell time is equal to 3 minutes.

7. Device in accordance with claim 6, characterized by the feature that the cross sections of the nozzles D1 and D2 are rated in such a measure that a discharge speed of 15 m/s will result.
- 5 8. Device in accordance with claim 5, characterized by the feature that the phase separating tank B4 has a cylindrical part Z with a tangential connection piece S3 and a cuboid part Q with two outlet connection pieces S6 and S7, the cylindrical part provided with two openings S5 (ending with the cover) and S4 (ending with the bottom) for the penetration of a specifically lighter phase (top) and a specifically heavier phase (bottom) from the cylindrical part Z to the cuboid part Q.
- 10 9. Device in accordance with claim 8, characterized by the feature that the connection piece S3 is rated for a speed/flow rate of 2 m/s, the openings S4 and S5 for a speed/flow rate of 0.3 m/s, and the cuboid part Q for a dwell time of 10 minutes.
- 15 10. Device in accordance with claim 6 characterized by the feature that, for the phase separating tank, the ratio of the distance h3 of the connection piece S3 from the bottom to the distance h2 of the connection piece S3 from the cover ($h3/h2$) 2 and the ratio of the diameter d2 of the cylindrical part Z to the height of the cylindrical part $h2 + h3$ [$d2/(h2+h3)$] is equal to 0.67.

20

Revendications

1. Processus pour le retraitement continu des huiles végétales usées, caractérisé de manière suivante:
- 25 a) L'huile végétal usée m0 est transportée avec le dissolvant m12, consisté en 90% d'acétone et 10% de cyclopétane en rapport ($m0/m12$) = 0,5 avec une pompe P 1 par deux buses D 1 et D 2, lesquelles produisent des jets libres d'une haute impulsion et en donnant contre la superficie du liquide dans le récipient mélangeur B3 l'huile végétale est entremêlé avec le dissolvant ainsi qu'il se forme une émulsion m2, composée d'une 1ère phase spécifique plus légère, riche en acides gras non saturés et d'une 1ère phase spécifique plus lourde, riche en acides gras saturés et en impuretés;
- 30 b) D'abord l'émulsion m2 est séparée dans un récipient de séparation des phases B4 par force centrifuge et après par force de gravité dans la 1ère phase spécifique plus légère m3 et la 2ème phase spécifique plus lourde. La première est refroidie dans l'échangeur de chaleur WT1 à une température d'aprox. 4°C, par laquelle se produit une 2ème phase spécifique plus légère (riche en dissolvants) et une 2ème phase spécifique plus lourde (riche en acides gras non saturés) qui sont séparées dans un récipient de séparation des phases B5 par force centrifuge et force de gravité.
- 35 c) La 2ème phase spécifique plus lourde m6 est concentrée par évaporation dans un vaporisateur à tirage par en bas VD en contre-courant au dissolvant m10, expulsé par l'adduction de chaleur, refroidi dans un échangeur de chaleur WT3 et emmené comme produit m11;
- 40 d) La 1ère phase spécifique m4 est refroidie dans un échangeur WT2 à 0°C par laquelle se forme une 3ème phase spécifique plus légère (riche en dissolvants) et une 3ème phase spécifique plus lourde (riche en acides gras saturés et en impuretés) qui sont séparées dans un récipient de séparation des phases B6 par force centrifuge et force de gravité;
- 45 e) La 2ème phase spécifique plus légère m5 et la 3ème phase spécifique plus légère m7 sont réunies en flux massique m9 et après avoir pris de la chaleur du produit m11 dans l'échangeur de chaleur WT3, introduites à través d'une pompe P2 dans une colonne de rectification KE entre une 1ère garniture PA1 et une 2ème garniture PA2 (compter à partir de la tête de la colonne), pendant que la vapeur du dissolvant m10, expulsé par le vaporisateur à tirage par en bas VD, est introduite entre la 2ème garniture PA2 et une 3ème garniture PA3 et la 3ème phase spécifique plus lourde m8 est introduite entre la 3ème garniture PA3 et une 4ème garniture PA4 dans la colonne KE qui est chauffée par un vaporisateur VR;
- 50 f) Le produit de bas de colonne m13 (des acides gras saturés et des impuretés) est aspiré à l'aide d'une pompe P3 pendant que le produit de tête m12, condensé dans un condenseur de tête KR, composé du dissolvant

nettoyé, est ramené au circuit.

2. Le processus selon la spécification 1 est caractérisé de manière suivante: la température du dissolvant nettoyé m12 est réglé de telle sorte qu'après être intermélée avec l'huile végétale m0 en relation ($m0/m12=0,5$) la température atteint 25 jusqu'à 30°C.
3. Le processus selon la spécification 1 est caractérisé par l'exploitation du vaporisateur à tirage par en bas VD à 95°C et 800 mbar (absolu) et la colonne de rectification KE à température de distillation de 90 °C et 780 mbar (absolu) par pression de tête.
4. Le processus selon la spécification 1 est caractérisé par la réalisation du refroidissement de la 1ère phase plus légère m3 dans l'échangeur de chaleur WT1 et le refroidissement de la 1ère phase plus lourde m4 dans l'échangeur de chaleur WT2 dans l'ordre mentionné à travers d'un circuit de réfrigération qui est maintenu par une machine frigorifique.
5. Le dispositif pour la réalisation du processus selon la spécification 1 est composé d'un récipient collecteur B1 pour le dissolvant m12 (90% d'acetone + 10 % de cyclopétane) et d'un récipient collecteur B2 pour l'huile végétal m0, d'un récipient échangeur B3 pour entremêler le dissolvant avec l'huile végétal usée, d'un récipient de séparation des phases B4 pour la séparation de l'émulsion obtenue m2 en une 1ère phase spécifique plus légère m3 et en une 1ère phase spécifique plus lourde m4, d'un échangeur de chaleur WT 1 pour le refroidissement de la 1ère phase spécifique plus légère m3, d'un échangeur de chaleur WT2 pour le refroidissement de la 1ère phase spécifique plus lourde m4, d'un récipient de séparation des phases B5 pour la séparation de la 2ème phase spécifique plus légère m5 d'une 2ème phase spécifique plus lourde m6, d'un récipient de séparation des phases B6 pour la séparation d'une 3ème phase spécifique plus légère m7 d'une 3ème phase spécifique plus lourde m8, d'un vaporisateur à tirage par en bas VD pour la concentration par évaporation de la 2ème phase spécifique plus lourde m6, d'un échangeur de chaleur WT3 pour le refroidissement du produit obtenu m11, d'une colonne de rectification KE avec le vaporisateur VR et le condenseur KR et d'une pompe P3 pour l'élimination des acides gras saturés et les impuretés m13, caractérisé par un raccord à tubes entre les récipients B1 et B2, raccordés par une conduite au récipient mélangeur B3. Cette conduite est raccordée par deux déviateurs L1 et L2 aux deux buses D1 et D2 et dans laquelle est installée une pompe P1 pour le transport en commun du dissolvant et de l'huile végétal usée. Le récipient mélangeur est raccordée par une conduite au tuyère tangentiel S3 du récipient de séparation des phases B4 qui est composé d'une partie cylindrique Z pour la production des forces centrifuges et d'une partie quadrique Q pour avoir de l'influence des forces de gravité. La partie quadrique est raccordée par une tuyère supérieure S6 et par une conduite à l'échangeur de chaleur WT1 et par une tuyère inférieure S7 à l'échangeur de chaleur WT2 dont leurs sorties pour les flux massiques refroidis m3 et m4 sont raccordées chacune aux récipients de séparation des phases B5 et B6 (semblable à la réalisation B4). Leurs tuyères de sortie supérieures débouchent dans une conduite commune vers le raccordement à l'échangeur de chaleur WT3 dont son sortie est raccordée par une conduite où est installée une pompe P2 pour le transport du flux massique m9, résulté de m5 et m7, à une colonne de rectification KE, pendant que la tuyère inférieure de sortie de B5 est raccordée au vaporisateur à tirage par en bas VD qui est d'une part raccordé par une conduite pour la vapeur du dissolvant m10 à la colonne de rectification KE et d'autre part par une conduite pour le produit à refroidir m11 à l'échangeur de chaleur WT 3. Pour le transport de la 3ème phase spécifique plus lourde m8 la tuyère de partie inférieure de B6 est reliée à la colonne de rectification KE qui est raccordée par le condenseur KR au récipient collecteur B1 pour le stockage du dissolvant.
6. Le dispositif selon la spécification 5 a les caractéristiques suivantes: pour le récipient mélangeur B3 le rapport de la hauteur au diamètre du récipient ($h1/d1$) s'élève à 1,5; le rapport de la distance des buses au couvercle/diamètre du récipient ($b/d1$) s'élève à 0,75; le rapport de la distance du point d'intersection P des axes de buses à la superficie du liquide/distante des buses (a/b) s'élève à 0,25, l'angle entre les axes de buses s'élève à 60° et le temps de séjour s'élève à 3 minutes.
7. Le dispositif selon la spécification 6 est caractérisé de manière suivante: la section transversale des buses D1 et D2 sont dimensionnés de telle sorte qu'il soit obtenu une vitesse de sortie de 15m/s.
8. Le dispositif selon la spécification 5 est caractérisé par un récipient de séparation des phases B4 qui a une partie cylindrique Z avec une tuyère tangentiel S3 et une partie quadrique Q avec deux tuyères de sortie S6 et S7. Pour la partie cylindrique on a prévu deux embouchures S5 (près du couvercle) et S4 (près du fond) pour le passage d'une phase spécifique plus légère (en haut) et d'une phase spécifique plus lourde (en bas) de la partie cylindrique

Z à la partie quadrique Q.

5 9. Le dispositif selon la spécification 8 est caractérisé par une tuyère S3 dimensionnée pour une vitesse de 2m/s, les embouchures S4 et S5 sont dimensionnées pour une vitesse de 0,3m/s et la partie quadrique Q pour un temps de séjour de 10 minutes.

10 10. Le dispositif selon la spécification 6 est caractérisé de manière suivante: pour le récipient de séparation des phases B4 le rapport de la distance h3 de la tuyère S3 du fond à la distance h2 de la tuyère S3 du couvercle ($h3/h2$) s'élève à 2 et le rapport du diamètre d2 de la partie cylindrique Z à la hauteur de la partie cylindrique s'élève à $h2+h3$ [$d2/(h2+h3)$] 0,67.

15

20

25

30

35

40

45

50

55